

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Oktober 2004 (14.10.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/087639 A1(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C07C 231/24**,
233/05(72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **PESCHEL, Werner** [DE/DE]; Dr.-Kausch-Str. 24, 67251 Freinsheim (DE). **SCHOENMAKERS, Hartmut** [DE/DE]; Hans-Thoma-Platz 16, 69121 Heidelberg (DE). **ALTHAUS, Klaus** [DE/DE]; Rheinaustr. 10, 68163 Mannheim (DE). **KIRCHNER, Tanja** [DE/DE]; Waldstr. 4, 66629 Freisen (DE). **STAATZ, Hartmut** [DE/DE]; Bürgerstr. 2, 69124 Heidelberg (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/003595

(74) Anwalt: **HÖRSCHLER, Wolfram, J.**; Isenbruck Bösl Hörschler Wichmann Huhn, Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:

5. April 2004 (05.04.2004)

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

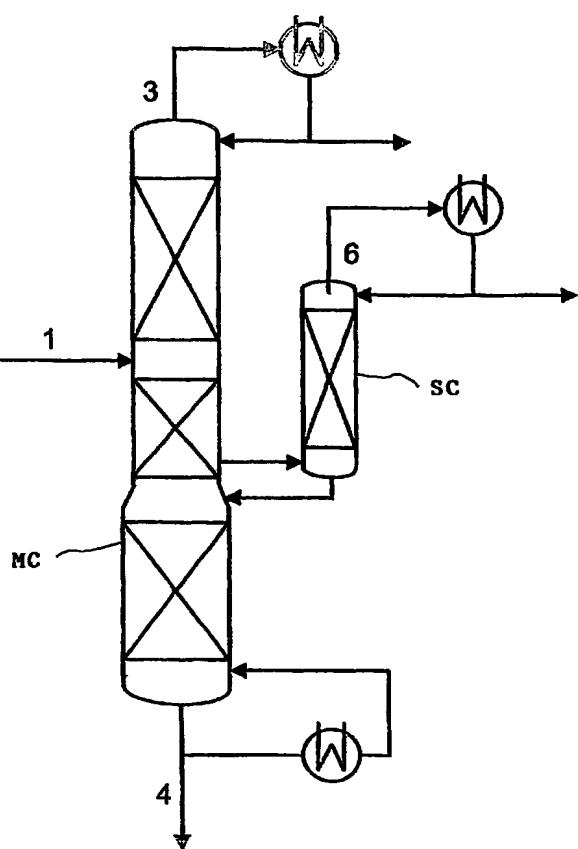
(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
103 15 214.8 3. April 2003 (03.04.2003) DE(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **BASF AKTIENGESELLSCHAFT** [DE/DE]; 67056 Ludwigshafen (DE).

(54) Title: METHOD FOR THE PURIFICATION OF DIMETHYLACETAMIDE (DMAC)

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR REINIGUNG VON DIMETHYLACETAMID (DMAC)



(57) Abstract: The invention relates to a method for the distillative purification of raw dimethylacetamide (raw DMAc) containing DMAc, low-boiling components, and high-boiling components. Said low-boiling components and high-boiling components are separated into one of the following column configurations so as to obtain pure DMAc: (I) a main column (HK) with a lateral discharge column (SK); or (II) a diaphragm-type column (TWK). The inventive method is characterized by the fact that at least the main column (HK) in configuration (I) and the diaphragm-type column (TWK) in configuration (II) are operated at a top pressure ranging between 0.5 and 1.8 bar absolute.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAc), enthaltend DMAc, Leichtsieder und Schwersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwersieder unter Erhalt von Rein-DMAc in eine der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen: (I) eine Hauptkolonne (HK) mit Seitenabzugskolonne (SK) oder (II) eine Trennwandkolonne (TWK) trennt, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die Hauptkolonne (HK), und in der Kolonnenkonfiguration (II) die Trennwandkolonne (TWK) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.



CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart):** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT,

RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Verfahren zur Reinigung von Dimethylacetamid (DMAc)

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid. Für Dimethylacetamid wird im Folgenden die abgekürzte Bezeichnung DMAc verwendet.

10 DMAc wird überwiegend als Lösungsmittel eingesetzt, beispielsweise als Lösungsmittel zum Lösungsspinnen von elastischen Polyurethan-Blockcopolymeren, die unter dem Markennamen Spandex® oder Lycra® bekannt sind, wie auch zur Herstellung von Hohlfasern.

15 Um beim Lösungsspinnen qualitativ hochwertige Fasern erhalten zu können, werden an das hierbei eingesetzte DMAc die nachfolgend aufgeführten Spezifikationsanforderungen gestellt: Wassergehalt < 100 ppm, pH-Wert zwischen 6,5 und 7 und spezifische elektrische Leitfähigkeit < 0,6 μ S/cm, oder auch < als 0,2 μ S/cm. Die elektrische Leitfähigkeit des Rein-DMAc wird im Wesentlichen durch seinen Gehalt an Verunreinigungen, wie Säuren, 20 insbesondere Essigsäure und Salzen, insbesondere den Aminsalzen der Essigsäure, bewirkt. Die angegebenen Spezifikationen des Rein-DMAc bezüglich pH-Wert und elektrischer Leitfähigkeit entsprechen einem Gehalt an Essigsäure von weniger als 50 Gew.-ppm.

25 Ein DMAc, das diese Spezifikationsanforderungen erfüllt, wird im Folgenden als Rein-DMAc bezeichnet.

Demgegenüber wird als Roh-DMAc ein Gemisch, enthaltend DMAc, bezeichnet, das die oben definierten Spezifikationsanforderungen nicht erfüllt. Roh-DMAc enthält als 30 Hauptkomponenten neben DMAc Amin, Essigsäure und Wasser. Hierbei ist der Essigsäure-Gehalt von erfundungsgemäß zu reinigendem Roh-DMAc nicht größer als 20 Gew.-%.

Als wasserhaltiges Roh-DMAc wird vorliegend ein Roh-DMAc und einem Wassergehalt 35 zwischen 1 und 99 Gew.-%, oder auch zwischen 2 und 99 Gew.-%, auch zwischen 80 und

98 Gew.-%, insbesondere zwischen 95 und 98 Gew.-%, oder auch zwischen 1 und 6 Gew.-% verstanden.

5 Bekannte Anlagen zur destillativen Reinigung von DMAc werden unter Vakuum betrieben, um Zersetzungreaktionen des DMAc wirksam zu unterdrücken und dadurch die Einhaltung der Spezifikationsanforderungen zu gewährleisten.

10 Es wurde jedoch gefunden, dass in Destillationsanlagen, die wie bislang üblich unter Vakuum betrieben wurden, die Spezifikationsanforderungen häufig nicht erfüllt werden können.

15 Die FR-PS 1,406,279 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von DMAc durch Umsetzung von Essigsäure mit Dimethylamin und destillative Auf trennung des Reaktionsgemisches in einer Zweikolonnen-Anordnung, wobei die erste Kolonne bei Atmosphärendruck oder geringfügig erhöhtem Druck, einer Sumpf temperatur zwischen 165 und 170°C, einer Kopftemperatur zwischen 95 und 105°C und einer Temperatur zwischen 100 und 200°C im Bereich des Kolonnen-Feeds, der etwa in der Mitte der Kolonne angeordnet ist, betrieben wird. Aus der ersten Kolonne wird ein Kopfstrom, enthaltend Dimethylamin und Wasser abgezogen und ein gasförmiger oder flüssiger Sumpfstrom, enthaltend DMAc, Essigsäure sowie Monomethylacetamid. Dieser Sumpfstrom wird einer zweiten Kolonne, etwa im mittleren Bereich derselben, zugeführt und in einen Kopfstrom, enthaltend gereinigtes DMAc und einen Sumpfstrom, enthaltend das ternäre Azeotrop von Essigsäure, DMAc und Monomethylacetamid, aufgetrennt.

25 Zur Auslegung und zu den Betriebsbedingungen für die zweite Kolonne wird lediglich angegeben, dass es sich um einen klassischen Kolonnen typ und klassische Betriebsbedingungen handelt. Aus den Beispielen ist zu entnehmen, dass die zweite Kolonne bei einem Druck von 400 mg Hg und einer Kopftemperatur von 143°C betrieben wird, sowie dass das gereinigte DMAc noch etwa 225 ppm Essigsäure und ebensoviel Wasser enthält, und somit den hohen Spezifikationsanforderungen, wie sie für Rein-DMAc für die Zwecke der vorliegenden Erfindung definiert sind, nicht erfüllen.

35 Es war daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-DMAc zur Verfügung zu stellen, das die Einhaltung der geforderten Spezifikationen insbesondere für das Lösungsspinnen zur Herstellung von elastischen Polyurethan-Blockcopolymerfasern sowie zur Herstellung von Hohlfasern gewährleistet.

Darüber hinaus sollte das Verfahren die Abtrennung des Wassers aus dem Roh-DMAc in einem Reinheitsgrad, insbesondere mit einem Restgehalt an DMAc von unter 50 ppm gewährleisten, der die Wiederverwendung oder die problemlose Entsorgung desselben als 5 Abwasser erlaubt.

Die Lösung geht aus von einem Verfahren zur destillativen Reinigung von Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAc), enthaltend DMAc, Leichtsieder und Schwiersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwiersieder unter Erhalt von Rein-DMAc in einer der 10 nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

- (I) eine Hauptkolonne mit Seitenabzugskolonne oder
- (II) eine Trennwandkolonne

15 abtrennt.

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die Hauptkolonne, und in der Kolonnenkonfiguration (II) die Trennwandkolonne mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.

20 Es wurde überraschend gefunden, dass durch eine Betriebsweise bei Normaldruck oder bei einem Druck, der geringfügig oberhalb oder unterhalb des Normaldrucks liegt, der Reinheitsgrad des durch Destillation gewonnenen DMAc wesentlich besser ist als bei bekannten Verfahren, die, um Verunreinigungen durch Zersetzung oder Nebenreaktionen 25 zu vermeiden, unter Vakuum und somit bei wesentlich niedrigeren Temperaturen betrieben werden.

Demgegenüber haben die Erfinder überraschend gefunden, dass gerade eine Druck- und somit eine Temperaturerhöhung für die Erzielung eines Reinproduktes mit einem 30 niedrigeren Anteil an Verunreinigungen erforderlich ist.

DMAc hat einen Siedepunkt bei Normaldruck von 166°C.

Als Leichtsieder werden vorliegend Substanzen bezeichnet, deren Siedepunkt unterhalb 35 des Siedepunktes von DMAc liegt und als Schwiersieder Substanzen, deren Siedepunkt oberhalb des Siedepunktes von DMAc mit Essigsäure liegt.

Leichtsieder sind im vorliegenden Verfahren insbesondere Wasser, daneben Dimethylamin und Diethylamin.

5 Schwersieder sind insbesondere das Azeotrop von DMAc mit Essigsäure, daneben Ethanolamine, wie auch sogenannte Heavyends, d.h. hochmolekulare Zersetzungprodukte in Form von hochviskosen Flüssigkeiten oder Feststoffen.

10 Als Kolonne in Abtriebsfahrweise wird eine Kolonne bezeichnet, die nur unterhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten aufweist. Demgegenüber weist eine Kolonne in Verstärkungsfahrweise nur oberhalb der Zuführung des in der Kolonne aufzutrennenden Gemisches trennwirksame Einbauten auf.

15 Als Trennwandkolonne wird in bekannter Weise eine Kolonne mit in Kolonnenlängsrichtung angeordneter Trennwand bezeichnet, die in Teilbereichen der Kolonne eine Vermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindert. Die Trennwand teilt den Kolonneninnenraum in bekannter Weise in einen Zuführbereich, einen Entnahmebereich, einen oberen gemeinsamen Kolonnenbereich sowie einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereich.

20 Bei der vorliegenden Trennaufgabe müssen aus seinem Ausgangsgemisch Leichtsieder und Schwersieder abgetrennt werden und das Wertprodukt, Rein-DMAc, als Mittelsieder gewonnen werden.

25 Diese Trennaufgabe kann insbesondere mit einer der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

- (I) eine Hauptkolonne mit Seitenabzugskolonne oder
- (II) eine Trennwandkolonne

30 gelöst werden.

35 Erfnungsgemäß muss in jeder der vorstehend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen zumindest die Kolonne, in der der Leichtsieder Wasser noch nicht weitgehend abgetrennt ist, bei einem Druck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, d.h. bei Normaldruck oder bei gegenüber Normaldruck geringfügig erniedrigtem oder erhöhtem Druck betrieben werden.

Bevorzugt liegt der Kopfdruck in den oben genannten Kolonnen im Bereich von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt im Bereich von 1,0 bis 1,3 bar absolut.

5 Es ist auch möglich, dass man auch die Seitenabzugskolonne in der Kolonnenkonfiguration (I) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, bevorzugt von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt von 1,0 bis 1,3 bar absolut, betreibt.

Der Roh-DMAc-Strom kann sowohl gasförmig als auch flüssig zugeführt werden, wobei
10 die Zuführung in flüssigem Aggregatzustand aus energetischen Gründen vorteilhaft ist.

In allen Kolonnenkonfigurationen können als trennwirksame Einbauten grundsätzlich alle bekannten Einbauten, insbesondere Böden, Füllkörper oder Packungen eingesetzt werden.

15 Als Einbauten eignen sich übliche Einbauten wie handelsübliche Böden, Füllkörper oder Packungen, beispielsweise Glockenböden, Tunnelböden, Ventilböden, Siebböden, Dualflowböden und Gitterböden, Pall-Ringe®, Berl®-Sattelkörper, Netzdrahtringe, Raschig-Ringe®, Intalox®-Sättel, Interpak®-Füllkörper und Intos®, aber auch geordnete Packungen, wie beispielsweise Sulzer-Mellapak®, Sulzer-Optiflow®, Kühni-Rombopak®
20 und Montz-Pak® sowie Gewebepackungen. Bevorzugt sind Hochleistungspackungen.

Bevorzugt werden unterhalb der Zuführung des zu reinigenden Roh-DMAc-Stromes trennwirksame Einbauten mit hohen Verweilzeiten, insbesondere Böden, eingesetzt, d.h. in
25 der Kolonnenkonfiguration (I) im Abtriebsteil der Hauptkolonne und in der Kolonnenkonfiguration (II) im Abtriebsteil der Trennwandkolonne. Durch die Einbauten mit höheren Verweilzeiten wird eine verstärkte Rückspaltung des Essigsäure-Diethylamin-Adduktes gewährleistet.

Der Durchmesser der Kolonnen richtet sich nach den jeweils angestrebten Durchsätzen
30 und kann nach den gängigen Regeln der Technik vom Fachmann leicht ermittelt werden.

Die Auslegung der Kolonnen bezüglich Höhe und Positionierung von Zu- und Abläufen kann nach dem bekannten Konzept der theoretischen Trennstufen in Verbindung mit den gewählten Einbauten ermittelt werden.

- 6 -

Als eine theoretische Trennstufe wird in bekannter Weise diejenige Kolonneneinheit verstanden, welche ein Anreichern der leichter flüchtigen Komponente entsprechend dem thermodynamischen Gleichgewicht bewirkt, vorausgesetzt, dass ideale Durchmischung vorliegt, flüssige und gasförmige Phase im Gleichgewicht stehen und kein Mitreißen von 5 Flüssigkeitstropfen erfolgt (vgl. Vauck, Müller: Grundoperationen chemischer Verfahrenstechnik, VCH-Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1988).

Die Zahl der theoretischen Trennstufen für den Bereich oberhalb der Zuführung des zu reinigenden Roh-DMAc-Stromes, d.h. für den oberen Bereich der Hauptkolonne in der 10 Kolonnenkonfiguration (I) oder für den Bereich oberhalb des oberen Endes der Trennwand in der Trennwandkolonne wird nach üblichen verfahrenstechnischen Überlegungen in Abhängigkeit vom Leichtsiederanteil im Roh-DMAc und dem zulässigen Verlust an DMAc über Kopf der ersten Kolonne festgelegt.

15 Die Zahl der theoretischen Trennstufen im Abtriebsteil der Hauptkolonne in der Kolonnenkonfiguration (I) oder der Trennwandkolonne unterhalb des Trennblechs in der Kolonnenkonfiguration (II) wird vorzugsweise im Bereich von 5 bis 30, insbesondere im Bereich von 10 bis 25, besonders bevorzugt im Bereich von 12 bis 18 festgelegt.

20 Bevorzugt sind die Hauptkolonne der Kolonnenkonfiguration (I) oder die Trennwandkolonne jeweils mit einem Sumpfverdampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausgestattet.

25 Vorteilhaft stellt man die Temperatur am Kopf der Hauptkolonne beziehungsweise der Trennwandkolonne im Bereich von 70 bis 130°C, bevorzugt im Bereich von 85 bis 115°C, besonders bevorzugt im Bereich von 95 bis 105°C, und die Temperaturen im Sumpf der Hauptkolonne beziehungsweise der Trennwandkolonne jeweils im Bereich von 150 bis 200°C, bevorzugt im Bereich von 160 bis 190°C, besonders bevorzugt im Bereich von 170 bis 180°C, ein.

30 Die destillative Reinigung von Roh-DMAc führt man vorteilhaft in einer Kolonnenkonfiguration (I) durch, deren Hauptkolonne einen gasförmigen Seitenabzug aufweist und deren Seitenabzugskolonne in Verstärkungsfahrweise betrieben wird.

Bevorzugt weist die Hauptkolonne oberhalb des gasförmigen Seitenabzugs einen geringeren Durchmesser gegenüber dem Bereich der Hauptkolonne unterhalb des gasförmigen Seitenabzugs auf.

5 Weiter kann die destillative Reinigung in einer Kolonnenkonfiguration (I) durchgeführt werden, in der die Hauptkolonne einen flüssigen Seitenabzug aufweist und die Seitenabzugskolonne in Abtriebsfahrweise betrieben wird.

10 Die Seitenabzugskolonne aus der Kolonnenkonfiguration (I) unterscheidet sich von klassischen Destillationskolonnen, wie sie beispielsweise einer Zwei-Kolonnen-Fahrweise nach dem Stand der Technik eingesetzt werden unter anderem dadurch, dass sie keinen eigenen Sumpfverdampfer hat und bezüglich ihrer Trennstufenzahl kleiner dimensioniert ist. Im übrigen kann die Seitenabzugskolonne entsprechend und abhängig von der Zusammensetzung des ihr zugeführten Seitenabzugstromes aus der Hauptkolonne vom 15 Fachmann anhand weniger Routineversuche und -berechnungen ausgelegt werden. Die Seitenabzugskolonne kann auch die üblichen Kolonneneinbauten enthalten, wobei Packungen besonders bevorzugt sind.

20 Der Schwersiederaustrag der genannten Kolonnenkonfigurationen (I) oder (II) enthält neben Essigsäure auch das Wertprodukt DMAc, da Essigsäure und DMAc ein Schwersiederazeotrop ausbilden. Die vollständige thermische Auftrennung von Essigsäure und DMAc ist deshalb destillativ nicht möglich. Das im Sumpf der Hauptkolonne beziehungsweise der Trennwandkolonne verbleibende Schwersiederazeotrop aus Essigsäure und DMAc wird ausgeschleust und kann energetisch vorteilhaft zur 25 Rückgewinnung des darin enthaltenen DMAc mit Lauge neutralisiert und das DMAc durch Eindampfen des Neutralisats z.B. in einen Fallfilmverdampfer oder Wirkblattverdampfer gegebenenfalls bei verminderter Druck zurückgewonnen werden. Die Neutralisation und das anschließende Eindampfen können sowohl kontinuierlich als auch diskontinuierlich erfolgen.

30

Vorteilhaft wird die destillative Reinigung kontinuierlich betrieben.

35 Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird somit in überraschend einfacher Weise ein Rein-DMAc gewonnen, das die geforderten Spezifikationen bezüglich Wassergehalt, pH-Wert und elektrischer Leitfähigkeit erfüllt, durch Destillation bei Normaldruck oder bei gegenüber Normaldruck geringfügig erniedrigtem oder erhöhtem Druck. Die

Betriebsweise bei oder nahezu bei Normaldruck ist gegenüber einer Betriebsweise unter Vakuum, wie sie im Stand der Technik für die Reinigung von DMAc bislang erforderlich schien, wesentlich wirtschaftlicher, insbesondere bezüglich Investitions- und Betriebskosten. Darüber hinaus erhöht sich mit dem Anstieg des Betriebsdrucks die 5 Kapazität der Apparate, da sich bei gleich bleibendem Gasmengenstrom die Gasgeschwindigkeit aufgrund der höheren Gasdichte verringert.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung und eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

10

Figur 1 zeigt ein Verfahrensschema für eine Kolonnenkonfiguration (I).

Figur 1 zeigt ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens, wobei eine Kolonnenkonfiguration (I) mit Hauptkolonne HK und Seitenabzugskolonne SK 15 gewählt wird.

Die Hauptkolonne HK wird im mittleren Bereich derselben ein Roh-DMAc-Strom 1 zugeführt. Am Kolonnenkopf wird ein Leichtsieder enthaltender Strom 3 abgezogen und aus dem Kolonnensumpf ein Schwersieder enthaltender Strom 4. Über einen Seitenabzug wird ein gasförmiger Strom abgezogen, der noch spezifikationsschädliche schwesiedende 20 Verunreinigungen, insbesondere Essigsäure, enthält, und der in der Seitenabzugskolonne SK, die in Verstärkungsfahrweise betrieben wird, gereinigt wird unter Erhalt eines Rein-DMAc-Stromes 6 am Kolonnenkopf.

Ausführungsbeispiel

25 In einer Kolonnenkonfiguration (I) entsprechend der schematischen Darstellung in Figur 1 wurde ein flüssiger Roh-DMAc-Strom 1 mit folgenden Komponenten: DMAc 99,2 Gew.-%, Dimethylamin 6 ppm, DMF 0,2 Gew.-%, Wasser 0,3 Gew.-%, Essigsäure 100 ppm, Ameisensäure 350 ppm, Phosphorsäure 50 ppm und Heavyends 0,2 Gew.-% bei einer Temperatur von 20°C auf die 30igste theoretische Trennstufe einer 30 Hauptkolonne mit 57 theoretischen Trennstufen, bei Zählung der Trennstufen von unten nach oben, zugeführt.

Von der 9. theoretischen Trennstufe wurde ein gasförmiger Seitenstrom bei einer Temperatur von 171,9°C, mit folgender Zusammensetzung abgezogen:

35

DMAc 99,9 Gew.-%, DMF 720 ppm und Essigsäure 280 ppm.

Die spezifikationsschädliche Konzentration an Essigsäure von 280 ppm konnte in der Seitenabzugskolonne auf spezifikationsunschädliche 20 ppm im Kopfstrom 6, der als Rein-DMAc-Strom abgezogen wird, reduziert werden. Die Hauptkolonne HK und die 5 Seitenkolonne SK wurden bei Normaldruck betrieben.

Patentansprüche

1. Verfahren zur destillativen Reinigung von wasserhaltigem Roh-Dimethylacetamid (Roh-DMAc), enthaltend DMAc, Leichtsieder und Schwiersieder, wobei man die Leichtsieder und die Schwiersieder unter Erhalt von Rein-DMAc in einer der nachfolgend aufgeführten Kolonnenkonfigurationen:

5 (I) eine Hauptkolonne (HK) mit Seitenabzugskolonne (SK) oder
10 (II) eine Trennwandkolonne (TWK)

15 abtrennt, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die Hauptkolonne (HK), und in der Kolonnenkonfiguration (II) die Trennwandkolonne (TWK) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut betreibt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man in der Kolonnenkonfiguration (I) zumindest die Hauptkolonne (HK) und in der Kolonnenkonfiguration (II) die Trennwandkolonne (TWK) bei einem Kopfdruck im Bereich von 0,8 bis 1,5, bevorzugt im Bereich von 1,0 bis 1,3 bar absolut betreibt.

20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Seitenabzugskolonne (SK) in der Kolonnenkonfiguration (I) mit einem Kopfdruck im Bereich von 0,5 bis 1,8 bar absolut, bevorzugt von 0,8 bis 1,5 bar absolut, besonders bevorzugt von 1,0 bis 1,3 bar absolut, betreibt.

25 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man im Abtriebsteil der Hauptkolonne (HK) in der Kolonnenkonfiguration (I) beziehungsweise im Abtriebsteil der Trennwandkolonne (TWK) in der Kolonnenkonfiguration (II) trennwirksame Einbauten mit hohen Verweilzeiten, bevorzugt Böden, einbaut.

30 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass man im Abtriebsteil der Hauptkolonne (HK) oder der Trennwandkolonne (TWK) 5 bis 30, bevorzugt 10 bis 25, besonders bevorzugt 12 bis 18 theoretische Trennstufen vorsieht.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass man die Hauptkolonne (HK) oder die Trennwandkolonne (TWK) jeweils mit einem Sumpfverdampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausstattet.

5

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man die Temperatur am Kopf der Hauptkolonne (HK) oder der Trennwandkolonne (TWK) im Bereich von 70 bis 130°C, bevorzugt im Bereich von 85 bis 115°C, besonders bevorzugt im Bereich von 95 bis 105°C, die Temperaturen im Sumpf der Hauptkolonne (HK) oder der Trennwandkolonne (TWK) jeweils im Bereich von 150 bis 200°C, bevorzugt im Bereich von 160 bis 190°C, besonders bevorzugt im Bereich von 170 bis 180°C, einstellt.

10

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man die destillative Reinigung von Roh-DMAc in einer Kolonnenkonfiguration (I) durchführt, deren Hauptkolonne (HK) einen gasförmigen Seitenabzug aufweist und deren Seitenabzugskolonne (SK) in Verstärkungsfahrweise betrieben wird.

15

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Hauptkolonne (HK) oberhalb des gasförmigen Seitenabzugs einen geringeren Durchmesser gegenüber dem Bereich der Hauptkolonne (HK) unterhalb des gasförmigen Seitenabzugs aufweist.

20

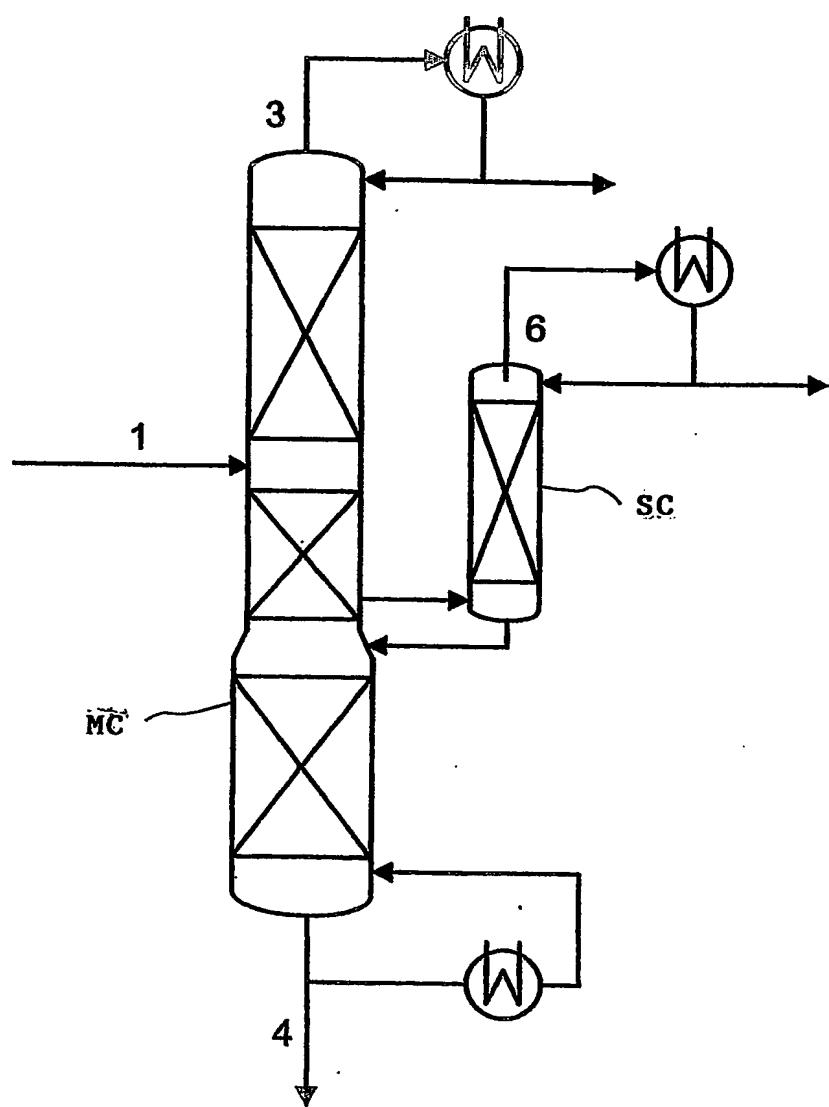
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die destillative Reinigung in einer Kolonnenkonfiguration (I) durchgeführt wird, in der die Hauptkolonne (HK) einen flüssigen Seitenabzug aufweist und die Seitenabzugskolonne (SK) in Abtriebsfahrweise betrieben wird.

25

30

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass man es kontinuierlich betreibt.

FIG.1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP2004/003595

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 7 C07C231/24 C07C233/05

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, BEILSTEIN Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 687 820 A (KEMP HAROLD S ET AL) 29 August 1972 (1972-08-29) figure 1; examples 1-5 -----	1-11
A	US 3 557 207 A (HAMMOND GEORGE S) 19 January 1971 (1971-01-19) examples 1-3 -----	1-11
P, A	WO 2004/002926 A (GENTILCORE MICHAEL J ; MALLINCKRODT INC (US)) 8 January 2004 (2004-01-08) page 13, line 6 – page 14, line 27; figure 10 -----	1-11

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

12 August 2004

25/08/2004

Name and mailing address of the ISA

Authorized officer

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax (-31-70) 340-3016

Kleidernigg, O

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP2004/003595

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 3687820	A 29-08-1972	NONE		
US 3557207	A 19-01-1971	NONE		
WO 2004002926	A 08-01-2004	US 2004000470 A1		01-01-2004
		WO 2004002926 A2		08-01-2004

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/003595

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C07C231/24 C07C233/05

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, BEILSTEIN Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 3 687 820 A (KEMP HAROLD S ET AL) 29. August 1972 (1972-08-29) Abbildung 1; Beispiele 1-5	1-11
A	US 3 557 207 A (HAMMOND GEORGE S) 19. Januar 1971 (1971-01-19) Beispiele 1-3	1-11
P, A	WO 2004/002926 A (GENTILCORE MICHAEL J ; MALLINCKRODT INC (US)) 8. Januar 2004 (2004-01-08) Seite 13, Zeile 6 – Seite 14, Zeile 27; Abbildung 10	1-11

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

12. August 2004

25/08/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL – 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Kleidernigg, O

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/003595

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 3687820	A 29-08-1972	KEINE	
US 3557207	A 19-01-1971	KEINE	
WO 2004002926	A 08-01-2004	US 2004000470 A1 WO 2004002926 A2	01-01-2004 08-01-2004